

NCD および FID を用いた Agilent 255 化学発光窒素検出器による 同時炭化水素分析

技術概要

緒言

Agilent 255 NCD の窒素特異性および水素炎イオン化検出器 (FID) の汎用的検出により、サンプルマトリクスの詳細分析を行うことが可能です。化学発光検出で窒素含有化合物の単離が可能ですが、FID は多くのサンプルマトリクス中の主要成分に対して一般的なレスポンスを示します。

アジレントは、ガスクロマトグラフで同時に一般的検出および窒素特異的検出を同時に可能にする検出器インターフェースを開発しました。FID は一般的検出に使用され、255 NCD は窒素化合物の特異的検出に使用されます。

NCD および FID の同時分析を行うためには、メーカーの取付方法説明書に従って、キャピラリカラムを FID に直接接続します。カラム溶出物は FID の中に流れ、その後すぐに、NCD のステンレスバーナーに流れ続けます。FID は空気の代わりに酸素を使用し、メイクアップガスは窒素よりもヘリウムを用います。酸素およびヘリウムを使用することで、検出器の炎中で、バックグラウンドの一酸化窒素の形成を避けることができます。

窒素および個々の化合物の濃度が 1 ppm 以上の場合、同時モードが役に立ちます。対象マトリクスが未知で、サンプルの炭化水素データが必要な場合、検出の仕組みも役に立ちます。

必要な場合には、窒素感度を良くするために、ステンレスバーナーは直接分析モードに簡単に変換できます。NCD と FID の同時分析または特異的窒素分析に使用するために、ステンレスバーナーを設計しました。

図 1 には、NCD の等モルレスポンスと特異性の両方を実証する、トルエン中のニトロベンゼン、3-メチルインドール、9-メチルカルバゾールを含むクロマトグラムを示しています。窒素の濃度は、各化合物に対して約 25 ppm です。NCD 分析の開始時に溶媒ピークがないことにも注意してください。NCD の利点は、サンプル中の窒素非含有炭化水素は NCD を透過することです。サンプル化合物はカラムから FID に流れ、FID が炭化水素レスポンスを測定します。一部の FID 溶出物は、NCD のバーナーに直接流れます。

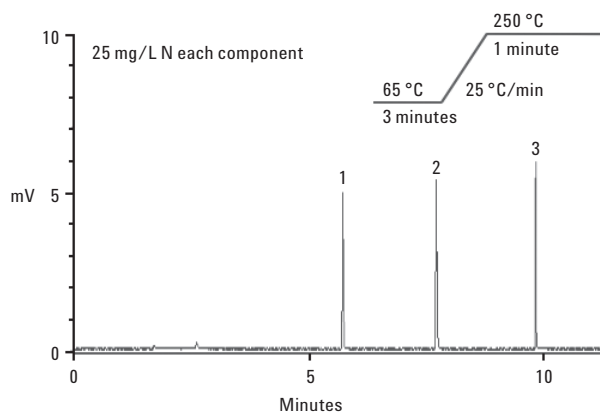


図 1. NCD 分析。



表 1. NCD および FID 同時分析の精度

分析番号	化合物濃度 (ppm)	窒素濃度 (ppm)	Model 255 NCD (% RSD)	FID (% RSD)
ニトロベンゼン	218	25	2.3	1.5
3-メチルインドール	234	25	2.2	1.3
9-メチルカルバゾール	326	25	2.5	1.5

その他の小さな不純物ピークが FID クロマトグラムに示されています (図 2)。NCD は窒素に対して特異的であるため、NCD はこれらのピークを検出しませんでした。一方、小さな化合物でも窒素を含んでいる場合、NCD はこれらを検出します。また、NCD の等モルレスポンスを用いて、サンプル中の窒素不純物濃度を測定することが可能です。

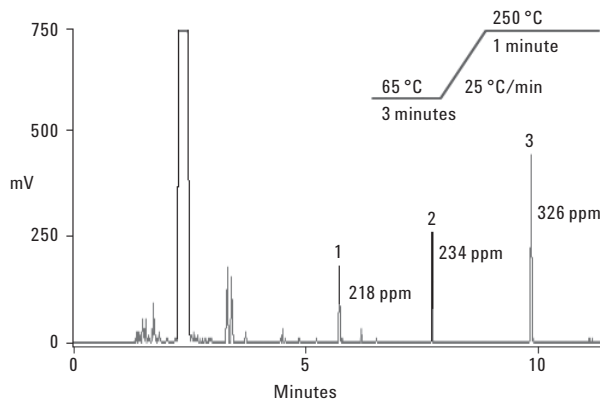


図 2. FID 分析。

GC 操作条件

(EPC を搭載した Agilent 6890)

初期温度:	65 °C で 3 分間
温度ランプ:	25 °C/分
最終温度:	250 °C で 1 分間
ヘリウムキャリアガス:	2.2 mL/min
スプリット注入:	分割比 50:1
	250 °C
	注入量 2 µL

NCD バーナー条件

温度:	800 °C
水素流量:	25 mL/min
酸素流量:	10 mL/min
カラム:	30 m HP-5、内径 0.32 mm
	膜厚 0.25 µm

成分

ピーク 1:	ニトロベンゼン
ピーク 2:	メチルインドール
ピーク 3:	9-メチルカルバゾール

NCD および FID 同時分析の安定性を実証するために、ニトロベンゼン、3-メチルインドール、9-メチルカルバゾールを含むトルエンサンプルが 3 日間にわたり 143 回分析されました。FID と直列で操作した場合、結果は 2.5% の相対標準偏差で、NCD の安定性はあまり示しません (表 1 を参照)。結果からは、直列 NCD/FID 操作では FID の性能に影響を及ぼさないことも実証されます。さらに、結果からは、FID 排出ガスのフラクションの NCD への転送の一貫性も実証されます。

NCD の窒素特異性および FID の一般的検出により、詳細分析を行うことが可能です。化学発光検出によりサンプル中の窒素含有化合物の単離が可能ですが、FID は多くのサンプルマトリクス中の主要化合物に対して一般的なレスポンスを提供します。

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っていません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
May 17, 2007
5989-6772JAJP